

F12

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-295882

(43) 公開日 平成9年(1997)11月18日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I		
C04B 41/87		C04B 41/87		M
35/00		H01L 21/68		R
35/581		C04B 35/00		H
H01L 21/68		35/58	104	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平8-110876	(71) 出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(22) 出願日	平成8年(1996)5月1日	(72) 発明者	牛越 隆介 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(72) 発明者	川崎 真司 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日 本碍子株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 杉村 暁秀 (外9名)

(54) 【発明の名称】セラミックス部材

(57) 【要約】

【課題】半導体ウエハのサセプター等として好適な半導体製造用部材等において、コンタミネーションが少なく、耐熱性、耐熱衝撃性、ハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性に優れており、汚染が発生しないようにする。また実質的に耐酸化性が優れた耐セラミックス酸化被膜を提供する。

【解決手段】半導体製造用部材は、窒化アルミニウムからなる基材と、この基材の表面を被覆する緻密質の炭化珪素膜とを備えている。好適な態様では、半導体製造用部材は、電磁波透過体であり、または、半導体を設置するためのサセプターである。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】窒化アルミニウムからなる基材と、この基材の表面を被覆する緻密質の炭化珪素膜とを備えていることを特徴とする、セラミックス部材。

【請求項 2】電磁波透過体であることを特徴とする、請求項 1 記載のセラミックス部材。

【請求項 3】半導体を設置するためのサセプターであることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載のセラミックス部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体製造装置内等に設置するための半導体製造用部材等のセラミックス部材に関するものである。

【0002】

【従来の技術】現在、半導体ウエハーの搬送、露光、熱 CVD（化学的気相成長法）、プラズマ CVD、スパッタリング等の成膜プロセス、微細加工、洗浄、エッチング、ダイシング等の工程において、半導体ウエハーを吸着し、保持するために、静電チャックが使用されている。こうした静電チャックの基材として、緻密質セラミックスが注目されている。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、 $\text{ClF}_3$ 等のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、半導体ウエハーを保持しつつ、急速に加熱し、冷却させるためには、静電チャックの基材が高い熱伝導性を備えていることが望まれる。また、急激な温度変化によって破壊しないような耐熱衝撃性を備えていることが望まれる。

【0003】緻密な窒化アルミニウムは、前記のようなハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐食性を備えている。また、緻密質の窒化アルミニウムは、高熱伝導性材料として知られており、その体積抵抗率が  $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$  以上であることも知られており、また、耐熱衝撃性も高いことが知られている。従って、半導体製造装置用の静電チャックの基材を窒化アルミニウム焼結体によって形成することが好適であると考えられる。

【0004】また、現在、ガスタービン等、高温雰囲気で使用されるセラミックス部材の表面耐酸化膜として、緻密質の炭化珪素膜の被膜が有効であることが知られている。現状では、基材として窒化珪素や炭化珪素が使用されているが、このような基材に被覆した炭化珪素膜は、取扱いの際などに、亀裂や剥離が発生し易いという欠点があり、目的である耐酸化性が十分発揮できないことがあった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明者は、緻密質の窒化アルミニウム焼結体からなる種々のサセプターの開発を行っていた。しかし、最近、半導体の高密度化と大型化とが一層進行しており、このためにアルカリ金属元素およびアルカリ土類金属元素を始め、各種の遷移金属

元素等の含有量もできるだけ減少させるために、高純度の窒化アルミニウム粉末原料を使用して製造研究を行ってきた。しかし、将来は、半導体プロセス技術分野においては、より一層の高密度化の進展が予測されており、こうした高密度の半導体の製造に対応する必要がある。ところが、特に 256 MDRAM の配線ルール 0.25  $\mu\text{m}$  以下のレベルにまで半導体の高密度化が進行すると、従来はコンタミネーション源とは見られていなかったアルミニウムも、場合によっては汚染源になる可能性があることが判明してきた。

【0006】本発明の課題は、例えば半導体ウエハーのサセプターとして特に好適な半導体製造用部材として用いることができ、コンタミネーションが少なく、耐熱性、耐熱衝撃性、ハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性に優れており、特に金属による汚染が事実上発生しないようなセラミックス部材を提供することである。

【0007】また、カスタービン等の高温雰囲気で使用されるセラミックス部材における炭化珪素表面被覆膜の亀裂や剥離を生じにくくし、実質的に耐酸化性の優れたセラミックス部材を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、窒化アルミニウムからなる基材と、この基材の表面を被覆する緻密質の炭化珪素膜とを備えていることを特徴とする、セラミックス部材に係るものである。

【0009】本発明者は、半導体製造用部材の材質について種々検討を重ねてきたが、窒化アルミニウムが種々の点で最良であり、これを超える材質はなかなか見つからなかった。そこで、発想を転換し、窒化アルミニウムに各種の材質をコーティングして緻密質の膜を形成し、こうして得た材質の各特性を詳細に調べてみた。この結果、窒化アルミニウムの表面を緻密質の炭化珪素膜によってコートした材質が、耐熱性、耐熱衝撃性、ハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性の点で特に優れており、しかもアルミニウムを含む各種金属の拡散の可能性がまったくないことを発見し、本発明に到達した。

【0010】また、本発明者は、高温雰囲気で使用される部材の炭化珪素被膜の亀裂や剥離を防止する手段として、基材材料を検討を種々行った。この結果、窒化アルミニウムを基材として用いることにより、従来の窒化珪素や炭化珪素を基材として用いた場合と比較して、大幅に亀裂や剥離が抑制されることを発見し、本発明に到達した。

【0011】本作用効果が発現する理由については、詳細は不明であるが、被覆する炭化珪素と基材との熱膨張差が一因と考えられる。

【0012】即ち、炭化珪素および窒化珪素を基材として用いた場合には、被覆する炭化珪素との熱膨張率の相違はゼロであるか、または被覆膜の方が小さくなる方向である。この場合、被覆膜中には、応力がないか、また

は引っ張り応力が発生し、取扱い時の小さな衝撃等によっても、亀裂や剥離が生じやすくなっているものと思われる。これに対して、本発明のように、基材として窒化アルミニウムを使用した場合には、炭化珪素被覆膜中には、適度な圧縮応力が発生し、多少の衝撃では亀裂や剥離が発生しなくなったものと思われる。

【0013】また、窒化アルミニウムと炭化珪素との結晶構造が大変に似通っていること、窒化アルミニウムの熱伝導率が高く、焼成後の冷却時に温度分布が生じにくいことによって、本発明の作用効果が発現したとも考えられる。更に、窒化アルミニウム中のアルミニウム成分が、炭化珪素被覆膜との結合力を高めた可能性もある。

【0014】本発明のセラミックス部材は、各種の製品に対して適用することができる。こうした製品として、まず電磁波透過体が好ましい。これには、電磁波透過窓、高周波電極装置、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドームを例示できる。また、本発明の半導体製造用部材は、半導体ウエハーを設置するためのサセプターに対して適用できる。こうしたサセプターとしては、セラミック静電チャック、セラミックヒーター、高周波電極装置を例示することができる。この他、ダミーウエハー、シャドーリング、半導体ウエハーを支持するためのリフトピン、シャワー板等の各半導体製造用装置の基材として、使用することができる。

【0015】まず、電磁波透過体の態様について説明する。これは、ガスに高周波電力を印加してプラズマを発生させるプラズマ発生装置で使用される電磁波透過体である。半導体製造装置内にガスを供給し、ガスに高周波電力を印加してプラズマを発生させる方法が、一般的に行われている。特に、ECR装置は、ドライエッチング、化学的気相成長等の半導体製造装置において、広く使用されている。ECR装置を使用する場合には、マイクロ波領域の高周波電力をガスに印加し、空間的に不均一な強度分布を持った高周波電界及び静磁界の中で、ECRによって局所的にプラズマを発生させる。次いで、プラズマに一定方向の力を印加し、プラズマを加速させる。ECR装置では、マイクロ波として、一般に2.45GHzのものが用いられている。このマイクロ波を、電磁波透過窓を通して装置の内部に照射し、装置内のガス分子にプラズマを発生させる。

【0016】この電磁波透過窓は、高エネルギーのマイクロ波に曝されるので、マイクロ波が透過しても、損失による発熱量が小さいことが必要である。また、電磁波透過窓が発熱したときに、割れにくいようにするため、耐熱衝撃性が大きいことも必要である。

【0017】プラズマ生成反応は、非常に激しい反応なので、種々の外部パラメーターによってプラズマの特性を制御することは、大変に困難である。更に、ECRプラズマは非常に高エネルギーであるので、ECRプラズ

マに曝される部材は変質し易い。特に、ECR装置では、プラズマの発生位置を、磁界によって制御している。しかし、この磁界は、空間的に不均一であり、プラズマの強度が局所的に大きく変動する。

【0018】この結果、プラズマの電磁波透過窓へのイオンボンバードメントにより、電磁波透過窓の表面が高温に発熱し、石英ガラスなどでは、局部的に熔融するものと考えられる。また、電磁波透過窓がマイクロ波に曝されるため、誘電体損失によって熱が発生する。このように、電磁波透過窓には、プラズマによる入熱と、マイクロ波による自己発熱という、二種類の熱応力が加わる。更に、 $ClF_3$ 、 $NF_3$ 、 $CF_4$ 、 $CHF_3$ 、 $SiH_2Cl_2$ 等のハロゲン系腐食性ガスを使用した場合には、上記の高温による熔融に加えて、電磁波透過窓の表面がハロゲンと反応し、エッチングされていた。

【0019】本発明の半導体製造用部材によって電磁波透過窓を形成することによって、上記した発熱による熔融又は破損をほとんど受けず、しかも、ハロゲン系腐食性ガスによってもほとんどエッチングを受けないことを発見した。

【0020】特に、DRAMの生産に使用されるウエハーの直径は、大型化が進行しているため、電磁波透過窓の径も大型化させる必要がある。このとき、電磁波透過窓を構成する基材として窒化アルミニウムを採用することにより、電磁波透過窓を安定して使用できるようになった。

【0021】また、本発明を高周波電極装置に適用した場合にも、高周波電極を基材の中に埋設させることによって、基材を高周波電力が透過し、高周波電極装置の表面上にプラズマが発生する。この際、基材中に埋設された高周波電極からの電磁波によって基材の表面の炭化珪素膜内で自己発熱が生ずるので、この自己発熱によって半導体ウエハーを加熱することができる。

【0022】本発明の半導体製造用部材を、プラズマ中に設置される部材に適用した場合には、前記したように、基材が電磁波を透過させる機能を有すると共に、基材の表面を覆う炭化珪素膜によって、プラズマ中での半導体製造用部材の表面のチャージアップレベルを減少させる効果がある。この際、特に、プラズマ中に設置されるサセプターに対して、本発明の半導体製造用部材を適用した場合には、サセプターの表面が半導性の炭化珪素膜によって被覆されているので、表面の電荷を抑制できる。

【0023】特に、本発明の半導体製造用部材をセラミックヒーターに対して適用した場合には、ヒーターの基材の表面を覆う炭化珪素膜の赤外線輻射率が0.9以上であることから、半導体ウエハーの一層効率的な加熱が可能になる。

【0024】本発明の基材である窒化アルミニウム中には、アルミニウム以外の金属元素を含有させることがで



きる。こうした金属元素としては、焼結助剤であるイットリウム、イッテルビウムを例示できる。焼結助剤は5重量%以下添加することができる。また、半導体製造用部材を長期間使用してもコンタミネーションのおそれをなくするためには、アルミニウム以外の金属元素の量を少なくするべきであり、好ましくは100ppm以下とする。ここで「アルミニウム以外の金属元素」とは、周期律表のI a ~ V I I a、V I I I、I b、I I bに属する金属元素およびI I I b、I V bに属する元素の一部(S i、G a、G e等)をいう。

【0025】基材中に電極を形成する場合には、電極を印刷法によって形成することもできるが、好ましくは電極を金属バルク体によって形成する。この場合には、まず、窒化アルミニウムの成形体に金属部材を埋設する。この過程では、次の方法を例示できる。

方法(1) 予備成形体を製造し、この予備成形体の上に金属部材を設置する。次いで、この予備成形体及び金属部材の上にセラミックス粉末を充填し、一軸プレス成形する。

方法(2) コールドアイソスタティックプレス法によって、平板状の成形体を2つ製造し、2つの平板状成形体の間に金属部材を挟む。この状態で2つの成形体及び金属部材をホットプレスする。

【0026】金属バルク体は、面状であることが好ましい。ここで、「面状の金属バルク体」とは、例えば、線体あるいは板体をらせん状、蛇行状に配置することなく、例えば、図2および図3に示すように、金属を一体の面状として形成したものをいう。

【0027】金属バルク体は、窒化アルミニウム粉末と同時に焼成するので、高融点金属で形成することが好ましい。こうした高融点金属としては、タンタル、タングステン、モリブデン、白金、レニウム、ハフニウム及びこれらの合金を例示できる。半導体汚染防止の観点から、更に、タンタル、タングステン、モリブデン、白金及びこれらの合金が好ましい。

【0028】こうした面状の金属バルク体として、次を例示できる。

(1) 薄板からなる、面状のバルク体。

(2) 面状の電極の中に多数の小空間が形成されているバルク体。これには、多数の小孔を有する板状体からなるバルク体や、網状のバルク体を含む。多数の小孔を有する板状体としては、パンチングメタルを例示できる。ただし、バルク体が高融点金属からなり、かつパンチングメタルである場合には、高融点金属の硬度が高いため、高融点金属からなる板に多数の小孔をパンチによって開けることは困難であり、加工コストも非常に高くなる。この点、バルク体が金網である場合には、高融点金属からなる線材が容易に入手でき、この線材を編組すれば金網を製造できる。

【0029】こうした金網のメッシュ形状、線径等は特

に限定しない。しかし、線径φ0.03mm、150メッシュ〜線径φ0.5mm、6メッシュにおいて、特に問題なく使用できた。また、金網を構成する線材の幅方向断面形状は、円形その他、楕円形、長方形等、種々の圧延形状であってよい。ここで、1メッシュは1インチあたり1本という意味である。

【0030】前記したような基材の表面に炭化珪素膜を形成する。この形成方法は限定されないが、特に緻密質、気密質の膜が得られる気相法が好ましく、化学的气相成長法、電気化学的气相成長法が特に好ましい。この場合の反応ガスとしては、S i H<sub>4</sub>、S i C l<sub>4</sub>、S i H<sub>2</sub> C l<sub>4</sub>、C H<sub>4</sub>、C O、C O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、A r、N<sub>2</sub>、T E O Sを例示できる。

【0031】以下、適宜に図面を参照しつつ、本発明を更に詳細に説明する。図1は、本発明の実施例に係るサセプターを概略的に示す断面図である。図2(a)は、図1のサセプターのうち一部を切り欠いて示す斜視図であり、図2(b)は、金網からなる電極3を示す斜視図である。

【0032】略円盤形状の基体1の側周面1dにリング状のフランジ1cが設けられており、基体1の内部に、金網3からなる電極9が埋設されている。半導体ウエハー6の設置面1a側には、所定厚さの絶縁性誘電層4が形成されている。基体のうち支持部分8側には、端子10が埋設されており、端子10が電極9に接続されている。端子10の端面が、基体1の裏面1bに露出している。基体1の所定箇所に、半導体ウエハー6を昇降させるためのピンを通す孔2が形成されている。

【0033】本実施例における電極9は、図2(a)、(b)に示すような金網3によって形成されている。金網3は、円形の枠線3aと、枠線3aの内部に縦横に形成されている線3bとからなっており、これらの間に網目13が形成されている。電極9に対しては、前記したように直流電源および/または高周波電源を接続する。

【0034】図3(a)は、電極9として使用できるパンチングメタル14を示す斜視図である。パンチングメタル14は円形をしており、円形の平板14a内に多数の円形孔14bが、碁盤目形状に多数形成されている。図3(b)は、電極9として使用できる円形の薄板15を示す斜視図である。図3(c)は、電極9として使用できる薄板16を示す平面図である。薄板16内には、細長い直線状の切り込み16b、16cが、互いに平行に合計6列形成されている。このうち、3列の切り込み16bは、図3(c)において下側に開口しており、残り3列の切り込み16cは、上側に開口している。切り込み16bと16cとは、交互に配置されている。こうした形状を採用した結果、薄板によって細長い導電路が形成されている。この導電路の両端16aに端子を接続する。

【0035】図4に示すサセプターにおいては、図1に

示すサセプターと同じ部材には同じ符号を付け、その説明を省略する。図 4 のサセプターにおいては、電極 9 と基体 1 の背面 1 b との間に、抵抗発熱体 1 9 が埋設されており、抵抗発熱体の端部がそれぞれ端子 1 7 に対して結合されており、各端子 1 7 の端面に対して電力供給ケーブル 1 8 が結合されている。

【0036】図 5 は、電子サイクロトロン共鳴 (E C R) 装置の構成を概念的に示す模式図である。マイクロ波 (一般的には 2 . 4 5 G H z) を、導波管 2 2 を通して矢印 A のように照射し、電磁波透過窓 2 3 を透過させ、チャンバー 2 5 の入口側部分 2 5 a 内に入射させる。チャンバー 2 5 の入口側部分 2 5 a の外側を囲むように、ソレノイドコイル 2 1 を設置する。コイル 2 1 は、500 ガウス以上の強度の磁界を発生する。

【0037】チャンバー 2 5 の処理室の外側に、ソレノイドコイル 2 9 を設置する。コイル 2 9 が磁界を広げ、反射磁界を構成している。電磁波透過窓 2 3 の周囲には、処理室の気密性を保つシール材の加熱を防止するため、水冷ジャケット 3 0 が設置されており、電磁波透過窓 2 3 を冷却している。入口側部分 2 5 a に設けられたガス供給口 2 4 から、矢印 B のようにガスを供給し、チャンバー 2 5 の下側面に設けられたガス排出口 2 8 から、矢印 D のようにガスを排出する。

【0038】マイクロ波をチャンバー 2 5 内に照射すると、マイクロ波領域の高周波電力がガスに印加され、空間的に不均一な強度分布を持った高周波電界及び静磁界の中で、プラズマが発生する。上記の反射磁界によって、発生したプラズマに下向きの力が加えられ、プラズマが下向きに矢印 C のように加速される。

【0039】処理室の下部にサセプター 2 7 が設置され、サセプター 2 7 の上にウエハー 2 6 が載置、保持されている。チャンバー 2 5 内の圧力は、一定値に保たれている。このサセプター 2 7 および電磁波透過窓 2 3 を、本発明の半導体製造用部材によって形成できる。

【0040】電磁波透過窓等の電磁波透過体を透過する電磁波の周波数領域は、300 G H z 以下である。このうち、本発明の電磁波透過体が特に有用であるのは、マイクロ波透過体としての用途である。マイクロ波の周波数領域は、300 M H z ~ 300 G H z である。しかし、窒化アルミニウムの特性は、1 M H z の領域でも、10 G H z の特性と比べてほとんど変化しないため、1 M H z ~ 300 M H z の周波数領域でも、上記の効果を奏することができる。ただし、周波数が高くなればなるほど、誘電体損失  $\tan \delta$  の小さな材料が好ましい。

【0041】

【実施例】還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末を使用した。この粉末において、S i、F e、C a、M g、K、N a、C r、M n、N i、C u、Z n、W、B、Y の含有量は、それぞれ 100 p p m 以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出され

なかった。

【0042】この原料粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の予備成形体を製造した。この予備成形体を 1900℃、200 k g f / c m<sup>2</sup> の圧力でホットプレス焼成し、窒化アルミニウム焼結体を得た。

【0043】こうして得られた基材の表面を加工し、基材を化学的気相成長 (C V D) 反応炉中に設置した。反応ガスとして S i C l<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>、C H<sub>4</sub> を使用した。S i C l<sub>4</sub> は、液体状であるので、S i C l<sub>4</sub> を加熱してその蒸気圧を高めた状態で、キャリアガスを導入し、バブリングさせることによって、S i C l<sub>4</sub> を含有するガスを得、このガスを反応炉中に導入した。

【0044】こうして得られた炭化珪素膜の膜厚は 1 . 3 m m であり、亀裂等の欠陥は認められなかった。また、得られた S i C 膜を X 線回折法によって検査したところ、β ポリタイプであることがわかった。

【0045】

【発明の効果】以上述べてきたように、本発明は、半導体製造用部材として用いた場合に、コンタミネーションが少なく、耐熱性、耐熱衝撃性、ハロゲン系腐食性ガスに対する耐蝕性に優れており、特に金属による汚染が事実上発生しないようなセラミックス部材を提供することができる。また、本発明により、炭化珪素表面被覆膜の亀裂や剥離を抑制することができ、これによって実質的に耐酸化性の優れたセラミックス部材を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明を適用できるサセプターの一部を概略的に示す断面図である。

【図 2】(a) は、図 1 のサセプターの破断面を示す斜視図であり、(b) は、金網からなる電極を示す斜視図である。

【図 3】(a) は、電極として好適なパンチングメタル 1 4 を示す斜視図である。(b) は、電極として使用できる円形の薄板 1 5 を示す斜視図である。(c) は、電極として使用できる薄板 1 6 を示す平面図である。

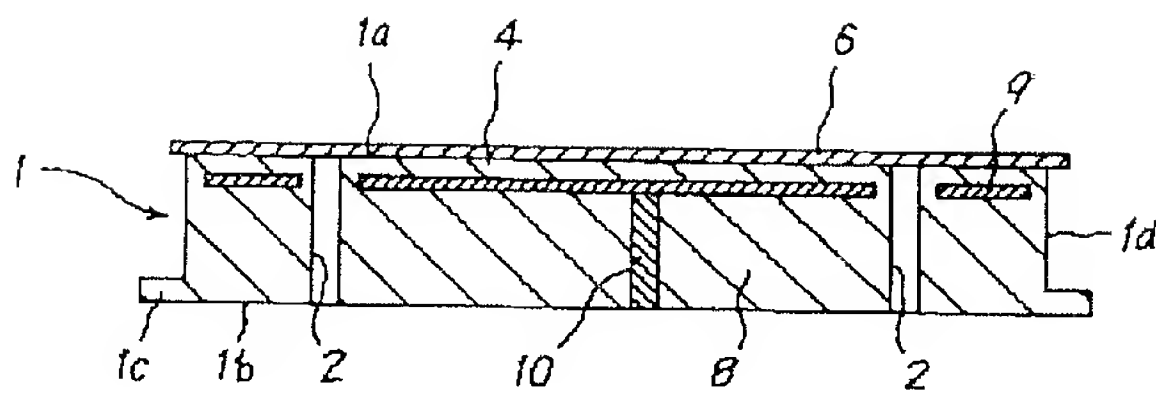
【図 4】本発明を適用できるヒーター付きのサセプターの一部を概略的に示す断面図である。

【図 5】本発明を適用できる電磁波透過体を備えた、電子サイクロトロン共鳴プラズマ発生装置の構成の概念を示す模式図である。

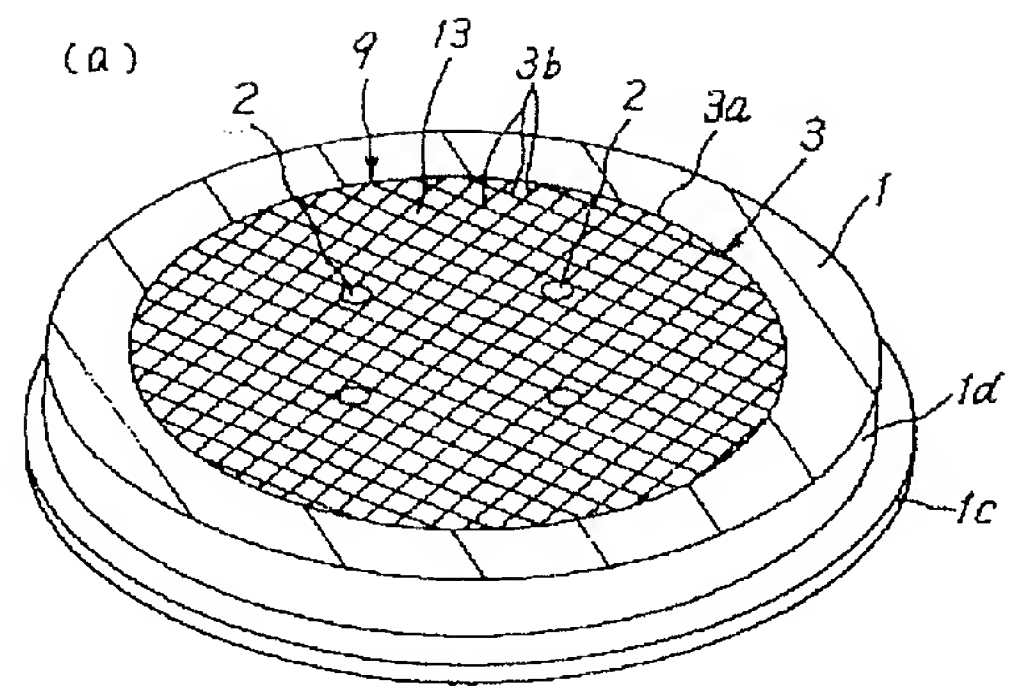
【符号の説明】

1	略円盤形状の基体	1 a	設置面	3	金網
4	絶縁性誘電層	6	半導体ウエハー	9	電極
10、17	端子	14	電極 9 として使用できるパンチングメタル	15、16	電極 9 として使用できる円形の薄板
19	抵抗発熱体	21、29	ソレノイドコイル		
23	電磁波透過窓	25	チャンバー	27	サセプター

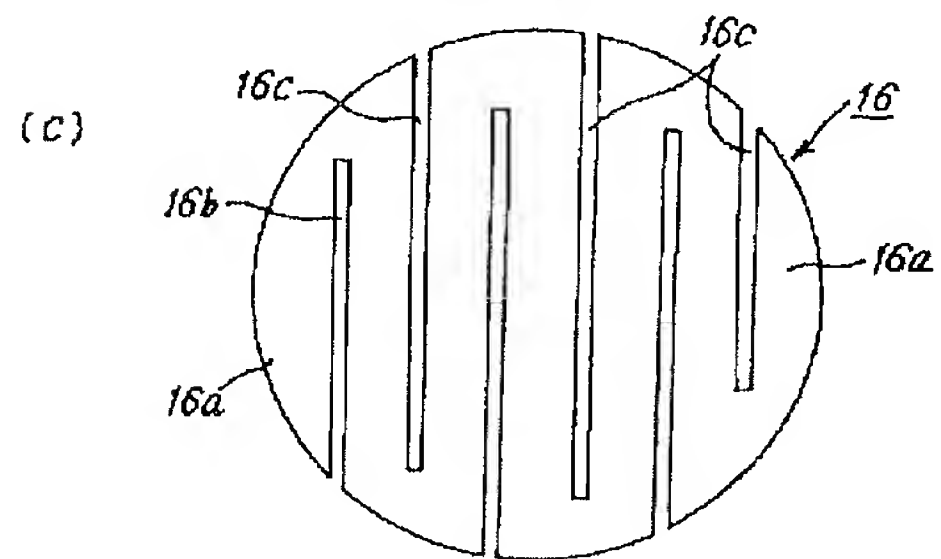
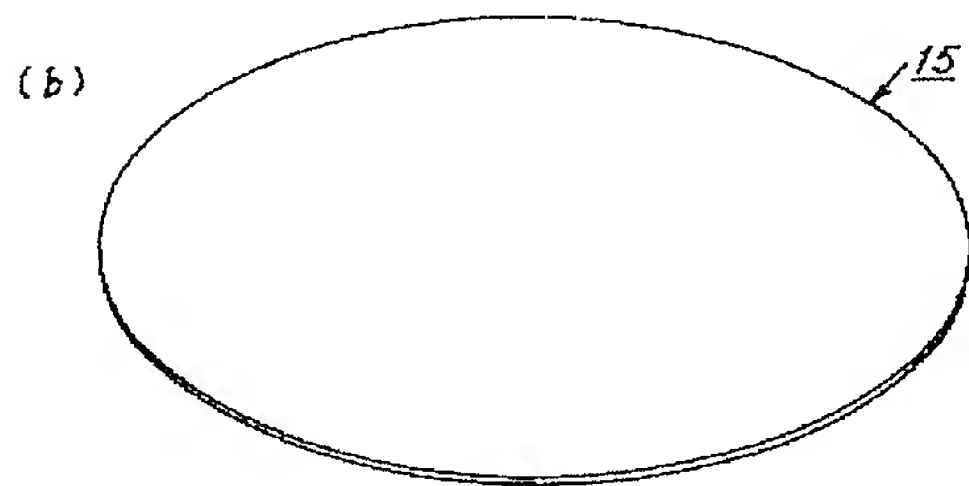
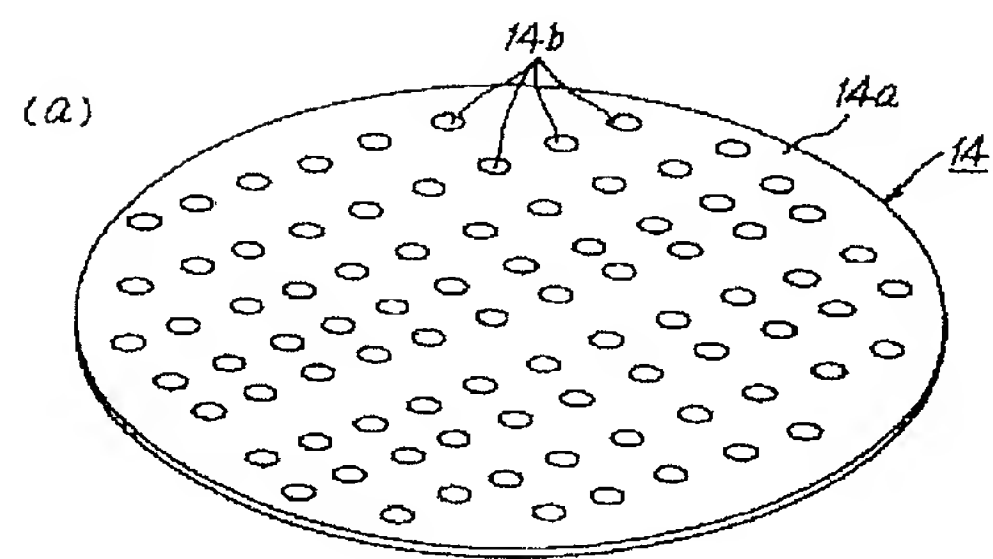
【図 1】



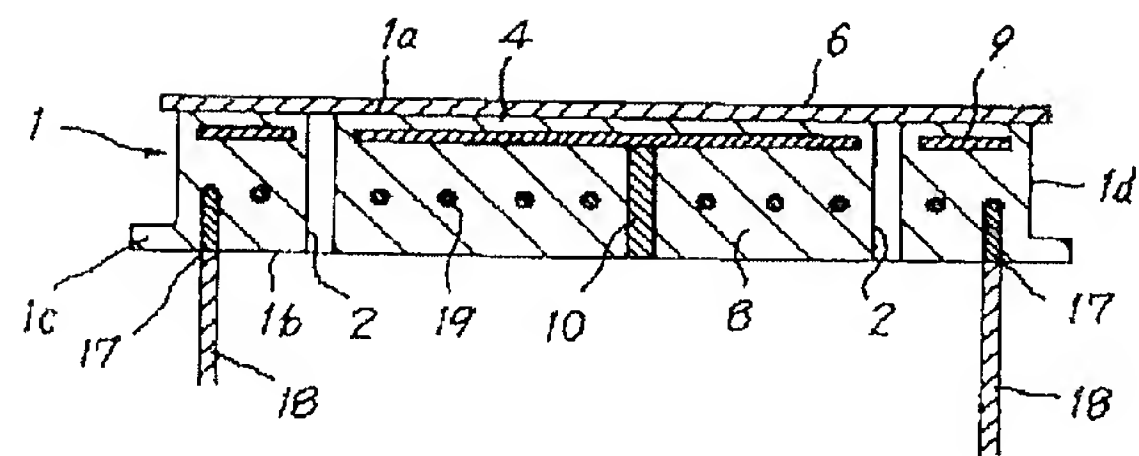
【図 2】



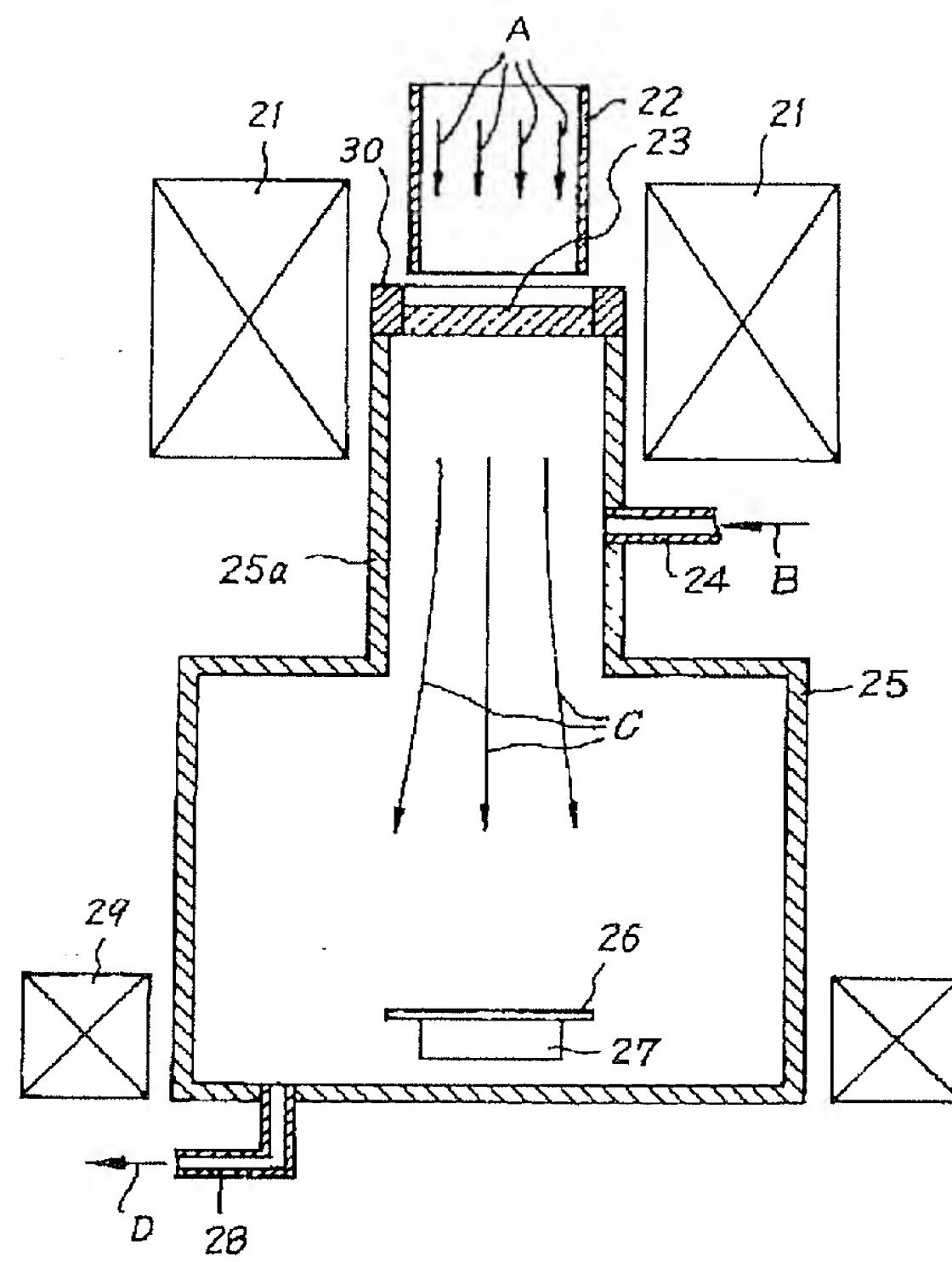
【図 3】



【図 4】



【図 5】



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-295882

(43)Date of publication of application : 18.11.1997

---

(51)Int.Cl. C04B 41/87  
C04B 35/00  
C04B 35/581  
H01L 21/68

---

(21)Application number : 08-110876

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 01.05.1996

(72)Inventor : USHIGOE RYUSUKE  
KAWASAKI SHINJI

---

(54) CERAMICS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce contamination and improve thermal resistance, thermal shock resistance, oxidation resistance and corrosion resistance to a hlogenetic corrosive gas by coating the surface of an aluminum nitride substrate with a dense silicon carbide film.

SOLUTION: This substrate is obtained by press-molding aluminum nitride, which contains a metal element belonging to Ia-VIIa, VIII, Ib and IIb of the periodic table and a metal element such as Si, Ga and Ge in a content of 100ppm or less and a sintering auxiliary in a content of 5wt.% or less, under pressure followed by firing. The surface of this material is coated with a dense silicon carbide-based film.